

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° d publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 446 264

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21)

N° 79 00525

(54) Procédé de préparation d'une préforme pour guide d'onde optique.

(51) Classification internationale. (Int. Cl 3) C 03 C 25/02; C 03 B 37/02; C 03 C 17/02.

(22) Date de dépôt 10 janvier 1979, à 15 h 5 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 32 du 8-8-1980.

(71) Déposant : Société anonyme dite : QUARTZ ET SILICE, résidant en France.

(72) Invention de : Claude Achener.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire :

La présente invention concerne un procédé de préparation d'une préforme destinée à fournir un guide d'onde optique par étirage et comportant une région de coeur et une région de gaine dont la composition chimique varie radialement, telles que l'indice de réfraction de la première soit supérieur aux indices de réfraction de la seconde.

Il existe déjà un certain nombre de procédés qui permettent d'obtenir une telle préforme.

Ainsi, il est connu d'obtenir un gradient d'indice en soumettant la préforme à un processus d'échange d'ions. Ce procédé présente plusieurs défauts: l'échange d'ions ne se produit que sur une très faible épaisseur et de ce fait, le gradient d'indice de réfraction est difficile à régler; de plus, le taux d'impuretés est tel que l'atténuation est élevée.

Il est également connu d'obtenir une telle préforme en hydrolysant un mélange gazeux dans la flamme d'un chalumeau. Le procédé consiste par exemple à envoyer un mélange de composés halogénés de silicium et de titane dans une flamme où ils se trouvent oxydés par de l'oxygène ou un composé oxygéné.

Les particules d'oxydes de silicium et de titane résultant de cette réaction sont déposées sur la préforme chauffée par la flamme. On obtient une gaine dont la composition chimique varie radialement en modifiant progressivement la composition du mélange gazeux.

Ce procédé est intéressant mais il comporte toutefois quel-

ques inconvénients : chaque couche déposée a une faible épaisseur (quelques dizaines de micromètres) et il est nécessaire de fritter les particules d'oxydes déposées afin d'obtenir une couche vitrifiée homogène. D'autre part, la régularité du dépôt exige que la surface de la préforme initiale soit usinée avec précision.

Selon le brevet FR 2 178 175, un autre procédé consiste à déposer plusieurs couches d'une fritte de verre, chaque couche ayant une composition progressivement différente, sur la surface d'un élément initial pratiquement cylindrique, de sorte que la structure obtenue présente une composition qui varie radialement par étape.

Ce procédé qui n'est pas décrit mais simplement mentionné est considéré comme une généralisation de l'hydrolyse d'un mélange gazeux dans une flamme et présente donc les mêmes inconvénients.

Par ailleurs, le brevet FR 2 253 723 décrit un procédé de projection d'une poudre de verre sur un support cylindrique (tube ou barreau) mais se limite à la réalisation d'une préforme destinée à fournir un guide d'onde optique à saut d'indice. De surcroît, la technique employée est compliquée ; elle nécessite un appareillage spécial et la granulométrie de la poudre de verre projetée est excessivement fine, ce qui oblige à prendre de grandes précautions pour protéger le verre contre toute pollution, avant et après le dépôt sur la préforme.

D'une façon générale, l'ensemble des procédés connus visent à projeter de très fines particules et ceci pour obtenir la meilleure homogénéité possible de chaque couche déposée. Ces procédés sont longs et coûteux car l'épaisseur de chaque couche étant très faible, il est nécessaire de réaliser de nombreux dépôts pour obtenir un revêtement suffisant. De toute manière, les préformes fabriquées selon ces procédés restent de dimensions modestes et ne permettent pas d'obtenir des guides d'ondes continus de très grande longueur.

La présente invention a pour but de s'affranchir de ces difficultés par la mise en oeuvre d'un procédé simple et économique.

Selon l'invention, ce procédé de préparation d'une préforme destinée à fournir par étirage un guide d'onde optique et comportant une région de coeur et une région de gaine dont la composition varie radialement, telles que l'indice de la première soit supérieur à ceux de la seconde, consiste, en partant d'un barreau d'une première composition appelé à former une région de coeur, à réaliser à sa

surface un dépôt d'une pluralité de couches dont la composition varie radialement au moyen d'un chalumeau à plasma, et se caractérise en ce que l'on alimente ledit chalumeau en poudre de verre amenée par simple gravité transversalement au dard dudit chalumeau ; que
5 l'on étire ledit barreau après le dépôt de chaque couche de manière à ramener son diamètre à une valeur voisine ou égale à celle du diamètre initial ; que l'on modifie la composition chimique de la poudre de verre après le dépôt de chaque couche.

Le procédé selon l'invention a l'avantage de permettre la
10 réalisation rapide d'une préforme de dimensions importantes en formant directement des couches de verre homogènes tout en évitant au maximum les risques de pollution du verre.

Un barreau initial est placé sur un porte-préforme qui permet d'animer ledit barreau d'un mouvement de translation alternatif
15 et d'un mouvement de rotation combinés, dans la flamme d'un chalumeau à plasma à haute fréquence. La vitesse de ces mouvements de translation et de rotation est ajustable afin d'obtenir un dépôt régulier sur toute la surface dudit barreau.

Ce porte-préforme est lui-même fixé sur un support qui peut
20 être animé d'un mouvement d'éloignement progressif par rapport à la tête d'un chalumeau à plasma. L'axe dudit chalumeau est perpendiculaire à l'axe de rotation du barreau.

Un distributeur de poudre placé au-dessus du chalumeau permet de faire tomber la poudre de verre dans le dard du chalumeau,
25 transversalement à la direction de propagation de la flamme. La poudre de verre entraînée par ladite flamme est projetée sur la surface chauffée du barreau et forme directement une couche vitrifiée homogène.

Sur le barreau cylindrique, qui présente au départ un diamètre D_0 et une longueur L_0 , on dépose une première couche d'un verre contenant une concentration C_1 d'un élément dopant et dont l'indice de réfraction n_1 est inférieur à l'indice n_0 du barreau. L'épaisseur régulière de la couche déposée est égale à e_1 .
30

Le barreau qui présente alors un diamètre $D_1 = D_0 + 2e_1$ est
35 étiré par chauffage afin de ramener son diamètre à une valeur voisine ou égale à D_0 .

Sur le barreau ainsi étiré, on procède au dépôt d'une deuxième couche d'épaisseur e_2 , d'un verre contenant une concentration c_2 du même élément dopant et dont l'indice n_2 est inférieur à n_1 .

Puis on étire de nouveau le barreau afin de ramener son diamètre à une valeur voisine ou égale à D_0 .

Cette opération est renouvelée p fois, p étant par exemple égal à 10.

5 A l'issue de ces opérations, on obtient une préforme constituée d'une région de coeur d'indice de réfraction n_0 entourée d'une série de couches de verres d'indices $n_1, n_2 \dots n_p$. Cette préforme est donc du type à sauts d'indice.

10 Cependant, on conçoit aisément que l'on peut choisir des verres contenant un élément dopant dont les concentrations $c_1, c_2, \dots c_p$ sont assez voisines pour obtenir des sauts de concentration relativement faibles.

15 De plus, le dépôt de la poudre de verre et l'étirage du barreau se déroulent à une température très élevée qui favorise la diffusion de l'élément dopant entre deux couches successives, et assure une transition progressive entre lesdites couches.

20 La fabrication de la préforme est achevée par le dépôt d'une dernière couche vitreuse dont la composition est différente des p premières couches, et qui est destinée à jouer un rôle de protection.

La mise en oeuvre du procédé selon l'invention sera exposée de façon détaillée au travers de deux exemples et illustrée par les figures suivantes :

- 25 - La figure 1 représente une vue schématique en coupe du chalumeau à plasma et d'une partie du dispositif d'alimentation en poudre de verre.
- 30 - La figure 2 est une vue schématique en coupe représentant les positions relatives de la tête du chalumeau, de la sortie du distributeur de poudre de verre et du barreau.
- 30 - La figure 3 est une vue schématique en coupe de l'ensemble du dispositif assurant les différents mouvements du barreau.
- 35 - La figure 4 est une vue schématique en coupe de la partie supérieure du dispositif d'alimentation en poudre de verre.
- 35 - La figure 5 est un graphique représentant schématiquement la structure de la préforme réalisée.
- 35 - La figure 6 est une représentation graphique schématique de la structure réelle de la préforme réalisée selon l'exemple n° 1.

- La figure 7 est une représentation graphique schématique de la structure réelle de la préforme réalisée selon l'exemple n° 2.

Le dispositif d'alimentation en poudre de verre est représenté à la figure 4. Une trémie 9 remplie de la poudre de verre à déposer est disposée au-dessus d'un plateau circulaire 7. La granulométrie des grains de verre est comprise entre 75 et 300 μm et de préférence entre 75 et 125 μm .

Ledit plateau est animé d'un mouvement de rotation autour d'un axe vertical 18 équipé à sa partie inférieure d'une poulie à gorge 19. Cette poulie tourne sous l'action d'une courroie 20 mue par un moteur électrique à vitesse réglable 8.

La trémie 9 est munie à sa partie inférieure d'un ajutage cylindrique 17 dont l'extrémité se trouve à quelques millimètres au-dessus de la surface du plateau 7. La poudre sort de la trémie sous forme d'un bourrelet circulaire.

Une raclette fixe 21, placée à proximité immédiate de la face supérieure du plateau 7, pousse la poudre de verre dans un entonnoir 6. La quantité de verre délivrée est réglée par la vitesse de rotation du plateau 7.

L'entonnoir 6 est prolongé vers le bas par un tube cylindrique coudé 5 en silice transparente, schématisé sur la figure 1. La partie inférieure du tube 5, longue de 200 à 500 millimètres, fait un angle avec l'horizontale compris entre 30 et 60° et de préférence égal à 45°.

Cette disposition a pour objet de ralentir la vitesse de chute des grains de verre et de leur conférer une vitesse de sortie de l'ordre de 1 m/sec.

La source de chauffage est un générateur de plasma inductif comprenant une alimentation électrique 1 délivrant un courant haute fréquence sous tension élevée (2 Megahertz - 10 Kilovolts). Ce courant circule dans un inducteur 2 formé d'un tube de cuivre refroidi par circulation d'eau entourant un tube de silice transparente 3. Suivant la puissance haute fréquence appliquée et suivant les gaz plasmagènes, on choisit pour le tube de silice un diamètre compris entre 40 et 60 mm. Ce tube est soutenu par une pièce métallique 4 refroidie par circulation d'eau. Cette pièce 4 sert également à l'injection des gaz plasmagènes dans le tube de silice. Les gaz plasmagènes utilisés sont par exemple : l'Argon, l'Azote, l'Oxygène

ou leurs mélanges. Ces gaz proviennent de bouteilles haute pression équipées de détendeurs et débitmètres non représentés sur la figure 1. L'air constitue un exemple particulièrement intéressant de mélange oxygène-azote ; il est fourni par un compresseur suivi d'un
5 épurateur et d'une colonne desséchante non représentés sur les dessins.

Le tube de silice où se forme le plasma inductif peut avoir plusieurs orientations dans un plan vertical perpendiculaire à l'axe de rotation du barreau 10. Sur la figure 1, le tube de silice est
10 disposé horizontalement pour la commodité de sa représentation.

La disposition respective de la sortie du tube de silice 3, de l'extrémité du tube 5 et du barreau 10 est illustrée par la figure 2. Une disposition particulièrement favorable est obtenue avec les réglages suivants : $\alpha = 45^\circ$; $a = 10$ mm ; $b = 30$ mm ; $l = 150$ mm.

15 Les grains de verre tombant dans la flamme du plasma sont entraînés par celle-ci sous forme de fines gouttelettes qui viennent se coller sur la préforme.

L'axe longitudinal du barreau 10, disposé horizontalement, est perpendiculaire à l'axe du chalumeau à plasma qui reste fixe.
20 Ledit barreau 10 est animé d'un triple mouvement : un mouvement de rotation autour de son axe, un mouvement de translation alternatif parallèle à cet axe et un mouvement de translation perpendiculaire à son axe.

Pour ce faire, le barreau 10 est maintenu à ses deux extré-
25 mités par deux mandrins 15 d'un tour verrier conventionnel 14. Ce tour verrier est monté sur quatre roues 22 qui reposent sur deux rails 13 perpendiculaires à l'axe du barreau 10. Lesdits rails 13 sont fixés sur un chariot 12 qui se déplace lui-même sur des rails 11 disposés parallèlement à l'axe du barreau 10.

30 Les différents mouvements sont assurés par des moteurs électriques à vitesse réglable, non représentés sur la figure 3 ; selon le diamètre du barreau 10, sa vitesse de rotation varie entre 10 et 100 tours par minute ; la vitesse de translation sur les rails 11 peut varier entre 10 et 100 millimètres par minute. Un dispositif
35 optique (non représenté sur la figure 3) mesure en permanence l'évolution du diamètre du barreau ; ce palpé optique commande un moteur électrique qui assure le mouvement de translation du tour verrier 14 sur les rails 13.

Après le dépôt de chaque couche, le barreau 10 est étiré pour

ramener son diamètre à une valeur voisine ou égale à celle de son diamètre initial. Cet étirage peut être réalisé par exemple dans un tour électrique selon le procédé décrit dans le brevet français 1 108 060, ou sur un tour verrier en utilisant un chalumeau annulaire alimenté par un mélange hydrogène-oxygène ou propane-oxygène.

Exemple n° 1 -

Selon des procédés bien connus de l'homme de l'art, on élabore, à partir de constituants très purs, plusieurs verres dont les compositions centésimales exprimées en poids sont les suivantes :

10

Tableau I

15

Composition	SiO ₂	B ₂ O ₃
C1	95	5
C2	90	10
C3	85	15
C4	80	20

Ces verres, broyés à une granulométrie comprise entre 75 et 125 μ m sont placés dans des récipients étanches et conservés en étuve à 45°C pour éviter toute attaque par l'eau atmosphérique.

On part d'un barreau cylindrique en silice très pure, de 1 m de longueur et de 45,7 mm de diamètre. A chaque extrémité de ce barreau on soude une queue de silice de qualité ordinaire, de 300 mm de longueur et de 90 mm de diamètre. D'après la figure 3, ces queues sont serrées dans les mandrins du tour verrier. Cette précaution permet d'utiliser le barreau sur toute sa longueur pour la réalisation de la préforme.

Le barreau est chauffé progressivement par le chalumeau à plasma placé à une distance l supérieure ou égale à 300 mm pendant 5 minutes environ ; sa vitesse de rotation est égale à 30 tours par minute et sa vitesse de translation à 250 mm par minute. On procède alors aux réglages suivants : l = 100 mm ; a = 40 mm ; b = 20 mm ; $\alpha = 45^\circ$. Le débit de verre de composition C1 est de 300 grammes par heure. On arrête l'opération dès que la première couche atteint une épaisseur de 1,3 mm. Le diamètre du barreau est ramené à sa valeur initiale par étirage et sa longueur est alors égale à 1,12 m. On réalise une deuxième couche de composition C2 et d'épaisseur égale à 1,15 mm. Après un deuxième étirage, la longueur du barreau est portée

à 1,24 m.

On réalise une troisième couche de composition C3, et d'épaisseur 1,1 mm ; la longueur du barreau après étirage est alors de 1,36 m. Une dernière couche de composition C4 et d'épaisseur 1,1 mm est déposée et le barreau étiré présente une longueur de 1,50 m.

La préforme ainsi réalisée est revêtue d'une couche de silice vitreuse de qualité ordinaire qui remplit plusieurs rôles : elle protège la préforme contre toute attaque chimique ; elle évite les pertes par volatilisation lors de la transformation de la préforme en baguettes puis en fibres ; elle met la couche externe de la fibre en compression du fait de l'écart existant entre le coefficient de dilatation de la silice et ceux des différents verres déposés et lui confère une résistance mécanique accrue.

Cette couche de silice est déposée sous forme de poudre dont la granulométrie est de l'ordre de 250 μm , selon le procédé décrit ci-dessus. Le débit de poudre de silice est réglé pour obtenir une vitesse de dépôt de 750 grammes par heure.

Dans notre exemple, l'opération de dépôt est arrêtée lorsque le diamètre de la préforme atteint 80 mm.

On obtient finalement une préforme longue de 1,5 m composée d'un coeur de silice très pure de 36,8 mm de diamètre entouré de 4 couches C1, C2, C3, C4 de 1,025 mm d'épaisseur et d'une couche externe en silice vitreuse de 17,5 mm d'épaisseur. La structure théorique de cette préforme est schématisée par la figure 5.

En réalité, les étirages successifs subis par la préforme provoquent une diffusion suffisante pour obtenir radialement une variation de concentration pratiquement continue. La structure réelle de la préforme est très proche de celle schématisée par la figure 6. La préforme ainsi obtenue pèse 16,6 kg et permet théoriquement d'étirer 160 km de fibre de 200 μm de diamètre. Pratiquement, il est possible d'obtenir à partir d'une telle préforme une fibre de 50 km d'un seul tenant, ce qui est particulièrement avantageux.

Exemple n° 2 -

On élabore 10 verres, à partir de constituants très purs, appartenant au système binaire $\text{SiO}_2 - \text{B}_2\text{O}_3$. Les verres extrêmes C1 et C10 de cette série répondent aux compositions centésimales pondérales suivantes : $\text{SiO}_2 = 98 \%$; $\text{B}_2\text{O}_3 = 2 \%$ et $\text{SiO}_2 = 90 \%$; $\text{B}_2\text{O}_3 = 20 \%$. Les autres verres sont des compositions intermédiaires obtenues en faisant varier de 2 % les pourcentages respectifs de SiO_2 et B_2O_3 .

On part également d'un barreau de silice très pure de 1 m de longueur et de 50 mm de diamètre. On conserve les réglages décrits dans l'exemple précédent. L'épaisseur de chaque couche déposée est indiquée dans le tableau II.

5

Tableau II

	Composition	Epaisseur (en mm)
10	C1	22,5
	C2	17,9
	C3	14,2
	C4	11,3
	C5	8,95
15	C6	7,1
	C7	5,65
	C8	4,5
	C9	3,6
	C10	2,8

20 Après le dépôt de chaque couche, le barreau est étiré pour ramener son diamètre à une valeur voisine ou égale à celle du diamètre initial.

Sans expliciter la longueur obtenue à l'issue de chaque dépôt, il est évident que l'on est limité par la longueur maximum du banc du tour verrier. On peut donc être contraint entre deux dépôts successifs, à découper la préforme en deux. Les préformes intermédiaires qui en résultent seront alors traitées séparément en respectant l'ordre des dépôts choisis initialement.

30 Comme dans l'exemple n° 1, on achèvera la fabrication de la préforme en la recouvrant d'une couche de silice vitreuse de qualité ordinaire.

35 La préforme finale sera alors composée d'un coeur de silice très pure de 5 mm de diamètre entourée de dix couches de composition C1 à C10 de 2,25 mm d'épaisseur et d'une couche externe de silice vitreuse de 15 mm d'épaisseur.

Comme dans l'exemple précédent, les étirages successifs provoquent une diffusion entre deux couches consécutives. Il en résulte une variation radiale de la concentration telle que celle schématisée pour les quatre premières couches par la figure 7.

Il est bien entendu que ces exemples n'ont été donnés qu'à titre illustratif et non limitatif et qu'on pourra y apporter toute modification souhaitable quant à la nature des constituants choisis, à l'épaisseur ~~et~~ au nombre de couches déposées, sans pour autant sortir du cadre de l'invention, qui est défini dans les revendications annexées.

10

15

20

25

30

35

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une préforme destinée à fournir par étirage un guide d'onde optique et comportant une région de coeur et une région de gaine dont l'indice de réfraction varie radialement, telles que l'indice de la première soit supérieur à ceux de la seconde, consistant en partant d'un barreau d'une première composition, appelé à former la région de coeur, à réaliser à sa surface un dépôt d'une pluralité de couches dont la composition varie radialement au moyen d'un chalumeau à plasma, caractérisé en ce que l'on alimente ledit chalumeau en poudre de verre amenée par simple gravité transversalement au dard dudit chalumeau ; que l'on étire ledit barreau après le dépôt de chaque couche de manière à ramener son diamètre à une valeur voisine ou égale à celle de son diamètre initial ; que l'on modifie la composition chimique de la poudre de verre après le dépôt de chaque couche.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la granulométrie de la poudre projetée est comprise entre 75 et 300 μm .

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les verres projetés sous forme de poudre appartiennent au système binaire $\text{SiO}_2 - \text{B}_2\text{O}_3$.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la composition des verres projetés sous forme de poudre comprend au moins 80 % en poids de SiO_2 .

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre de verre projetée constituant la dernière couche du dépôt est de la silice pure.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la région de coeur est constituée par de la silice pure.-

Figure 1

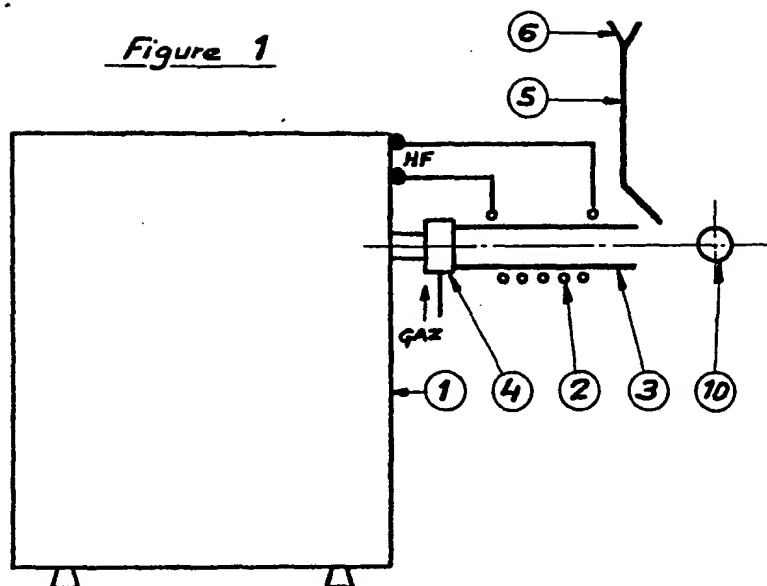


PLANCHE 1/II
2446264

Figure 2

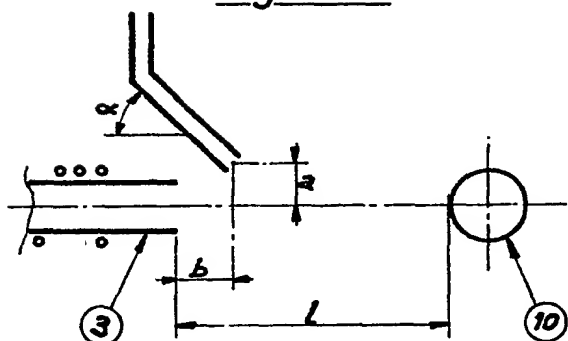


Figure 4

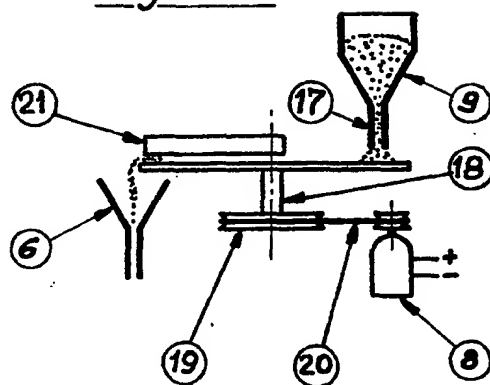
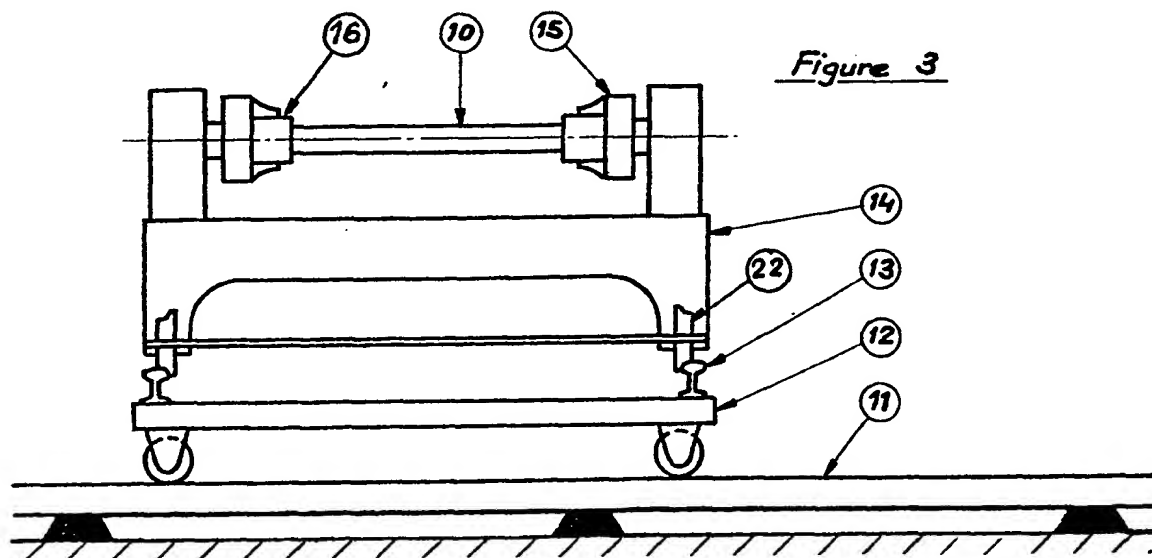


Figure 3



2446264

Figure 5

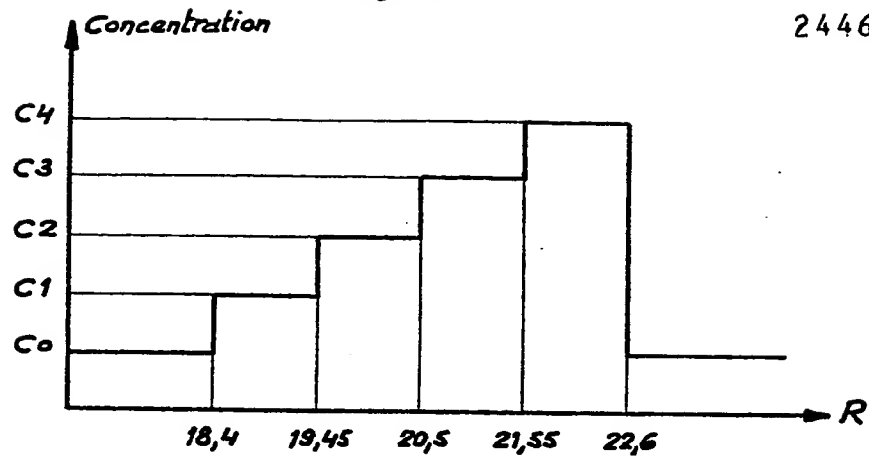


Figure 6

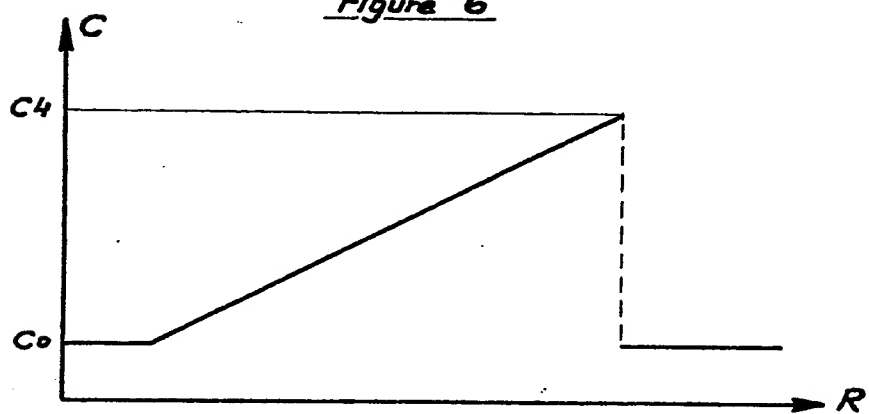


Figure 7

